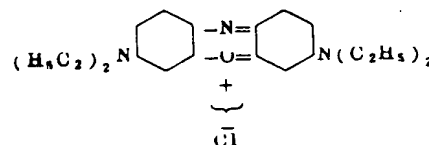


(54) HAIRDYE

(11) 55-22638 (A) (43) 18.2.1980 (19) JP
 (21) Appl. No. 53-95693 (22) 3.8.1978
 (71) HARUO YAMAGUCHI (72) HARUO YAMAGUCHI
 (51) Int. Cl.³ A61K7/13

PURPOSE: A hairdye capable of dyeing the hair in various colors, consisting mainly of a cationic dye.

CONSTITUTION: A hairdye consisting mainly of a cationic dye, e.g. C.I. Basic Blue 3 of the formula, having a bright color and improved light-fastness. The dye is used as follows: The hair is immersed in an aqueous hydrogen peroxide, pretreated, decolorized, and dyed with the hairdye solution in a bright color. The cationic dye has improved light-fastness compared with the conventional basic dyes, and is not toxic to the hair and skin.

**(54) PREPARATION OF METHACROLEIN**

(11) 55-22639 (A) (43) 18.2.1980 (19) JP
 (21) Appl. No. 53-95796 (22) 8.8.1978
 (71) ASAHI KASEI KOGYO K.K. (72) TSUTOMU KATSUMATA(2)
 (51) Int. Cl.³ C07C47/22, C07C45/35 // B01J27/18

PURPOSE: To prepare methacrolein in high selectivity, and to improve the life of the catalyst, by the gas-phase catalytic oxidation of isobutylene, etc. in the presence of a specific catalyst comprising oxides of Mo, Bi and Fe.

CONSTITUTION: Methacrolein is prepared by the gas-phase catalytic oxidation of isobutylene or a mixture of isobutylene and t-butanol with oxygen at high temperature in the presence of a catalyst comprising a composition I [A is K, Rb, Cs; a is 0.002~0.06; b is formula II; f is formula III; n is 1/2Z; X, Y are numbers which fall in a quadrilateral defined by the four apexes (0.45, 0.35), (0.45, 0.65), (0.85, 0.50) and (0.85, 0.65); Z is 0~0.6; p is 0~0.2] supported by 30~70 wt% of silica. As the content of Mo is low, the sublimation loss of Mo can be reduced and the abrasion resistance of the catalyst is improved.



$$b = \frac{(1-X)(1-Y)(1-Z)}{Y} + \frac{1}{2}Z + p \quad \text{II}$$

$$f = \frac{X(1-Y)(1-Z)}{Y} \quad \text{III}$$

(54) ESTERIFICATION PROCESS

(11) 55-22640 (A) (43) 18.2.1980 (19) JP
 (21) Appl. No. 53-95798 (22) 8.8.1978
 (71) ASAHI KASEI KOGYO K.K. (72) WATAHIKO TAMURA(3)
 (51) Int. Cl.³ C07C67/40, B01J23/44, B01J27/24, B01J31/04

PURPOSE: To prepare a carboxylic acid ester from an alcohol, stably, in high selectivity, in a single step, by using a catalyst containing a compound of Pb or Tl and metallic Pd.

CONSTITUTION: A carboxylic acid ester (e.g. ethyl acetate) is prepared in high yield (e.g. 42.5%) by the catalytic oxidation of alcohols containing at least one primary alcohol (e.g. ethanol), with O₂-containing gas in the presence of a catalyst comprising metallic Pd and a compound of Pb or Tl (e.g. 5% of Pd and 3% of Pb(OAc)₂ supported by carbon). The reaction proceeds only by introducing oxygen into the reaction system at 20~150°C under atmospheric pressure. The catalyst keeps its activity for a long time, and can be prepared from a low-cost metal such as Pb.

⑨ 日本国特許庁 (JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭55-22638

⑤ Int. Cl.³
A 61 K 7/13

識別記号

庁内整理番号
7432-4C

⑬ 公開 昭和55年(1980)2月18日

発明の数 2
審査請求 未請求

(全 3 頁)

⑭ 染毛剤

⑮ 特 願 昭53-95693

⑯ 出 願 昭53(1978)8月3日

⑰ 発 明 者 山口春夫
京都市伏見区竹田内畑町153番

地
⑱ 出 願 人 山口春夫
京都市伏見区竹田内畑町153番
地
⑲ 代 理 人 弁理士 北村学

明 細 書

1. 発明の名称

染毛剤

2. 特許請求の範囲

1. カチオン染料を主成分とする染毛剤

2. カチオン染料を主成分とする染毛剤と過酸化水素水を含有する脱色剤との組合せからなる染毛料セット。

3. 発明の詳細な説明

この発明は毛髪を多様な色彩に染めるための染毛剤に関するものである。従来毛髪の染色に用いられたのは酸化性の染料であって、この染料はそれ自体が着色を呈さないが、毛髪内に浸透した後で酸化反応や縮合反応によって発色し染毛するのである。この場合酸化時間を短縮するために通常過酸化水素水などの発色剤と呼ばれる酸化剤が併用される。

酸化性染毛剤としては主にパラフェニレンジアミンなどの芳香族アミンが使われ、この他に色調

調整剤としてレゾルシン、カタコール、ピロガロールなどが添加される。

この酸化性染毛剤は白髪のカムフラージュ用に広く使用されているが、この種の染毛剤により染められる色は黒色が主体であり、他に栗色など褐色系統の色彩があるだけである。

しかしながら最近ファッションの多様化が進むにつれ、多様な色彩への染毛が強く要望されるようになった。

この発明はこのような要望に応えるものであって、毛髪を多様な色彩に簡単に染色することのできる染毛剤を提供することを目的としている。この発明にかかる染毛剤は塩基性のいわゆるカチオン染料を主成分とするものである。

塩基性染料は綿織、羊毛、皮革などの染色に古くから使われてきたが、色彩が鮮やかであるかわりに日光に弱く、容易に退色するという欠点をもっていた。この欠点を改善したのがいわゆるカチオン染料であり、その色彩の鮮やかさと日光退色度の高さによって注目されていることは周知の

通りである。従来の塩基性染料にくらべてカチオン染料の特徴は染料の発色共役系とオニウム基とが環々の飽和基によって結合されているか又は複素環をもっていることであり、染料の色相や堅牢性は発色系によって、また繊維との結合はオニウム基によって受け持たれると考えられる。

いずれにしても、このカチオン染料を含め塩基性染料が毛髪に染色に用いられたことはなかった。これはカチオン染料が開発される前の塩基性染料が一般に日光に弱かったこと、及び黒色の毛髪がそのままではカチオン染料を含む塩基性染料で染色されないことの理由によるものと思われる。

最近、発明者はカチオン染料と呼ばれる一連の染料があらかじめ前処理を施した毛髪をよく染色し、その染色された色彩が長期間にわたり安定であること、および毛髪、皮膚などに有害でないことを見出し、これを主成分とする染毛剤を開発した。

この染毛剤について説明すれば以下の通りである。この発明にかかる染毛剤は一連のカチオン染料

の1または2以上を含有し、粉体または液体の形で提供される。これらの他に無機塩などの稀釈剤を添加しておけば取扱上便利であり、さらに染毛の効果をあげるため界面活性剤や縮水調整剤を添加してもよいが、最も増的にはカチオン染料のみでもよい。

使用に際してはこの染毛剤を数パーセントの水溶液とし、あらかじめ脱色処理を施した毛髪に塗布するのである。これにより毛髪は鮮やかな色彩に染色される。毛髪に残っている余分な染毛剤は通常の方法でシャンプーして洗い落せばよい。

前処理としての脱色処理は過酸化水素水溶液に毛髪を浸漬することにより行なわれる。この場合過酸化水素水溶液に適当な界面活性剤を添加すれば効果的である。

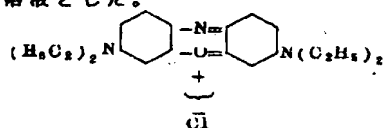
以下に本染毛剤を用いた染毛の実施例をあげて説明する。

(実施例1)

先ず6%過酸化水素水溶液中に黒髪を約20分間前後浸漬し、充分水洗したのちドライヤーで乾

燥した。この前処理により黒髪はほぼ象牙色に脱色された。

次に下記の構造をもつ0,1,ベンゾグブルー-3と呼ばれる化合物(C.1.51004 該当)を主成分とする市販のカチオン染料を熱湯で溶かし2%溶液とした。



この溶液をゴム手袋をはめた指で、上記脱色処理を施した毛髪に塗布しつつドライヤーで乾かしていったところ毛髪はすぐに青色に染色された。このようにして染色された毛髪を普通に行なわれるような方法でシャンプーし水洗したのち乾燥した。染色された毛髪の色相は鮮やかであった。

(実施例2)

実施例1の青色染料のかわりに市販のレッドバイオレット染料を用いて同様な手順で染毛したところ毛髪は鮮やかな赤紫色となった。

(実施例3)

同様に染料を市販のカチオンイエロー染料にかえて染毛したところ毛髪は鮮やかな黄色となった。

(実施例4)

次に、実施例1で用いた青色染料と実施例3で用いた黄色染料を混合し、これを染料として同様な手順で染毛したところ脱色された毛髪は鮮やかな緑色に染色された。

この例のようにカチオン染料のうちの適当な複数種を組合せて用いることにより多様な色彩への染毛が楽しめるのである。

また、染色の方法は前述の如く人手で塗布するだけでよいのであるから毛髪全体を小区分し、各区分ごとに異なる色彩に染めることもできる。上に述べた実施例の他にもカチオンオレンジ染料、カチオンピンク染料など多種にわたるカチオン染料について染色試験をおこなったが、いずれの場合にも染色された色は6ヶ月を経ても大きな変化を示さなかった。また、毛髪、皮膚などに異状を生じることもなかった。

アクリル繊維、毛などをカチオン染料で染色する場合は染料を溶かした溶液中において100℃で60分間程度煮沸するのが普通であるが、これはこれらの材料が実用中に洗剤などで洗われることを考慮し、色彩の安定化をはかるために行なわれるものであり、毛髪の場合はそのような必要はない。

従来の酸化性染毛剤で染毛した場合は毛髪は光沢に乏しく、櫛の通りも良くなかったがカチオン染料で染毛した場合は光沢、櫛の通りともすぐれている。

染色に際してこれらカチオン染料は毛髪の皮質中のメラニン色素が脱け落ちた空隙に入り込み、それが透明な毛表皮を通して見えるため光沢がすぐれているものと考えられる。

本発明にかかる染毛剤と過酸化水素水を含む脱色剤とをセットとして提供すれば需要家にとってきわめて便利である。

代理人 弁護士 北 村

学 校